

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-265937

(43)Date of publication of application : 18.09.2002

(51)Int.Cl.

C09K 11/01
H05B 33/14

(21)Application number : 2001-374201

(22)Date of filing : 07.12.2001

(71)Applicant : OSRAM SYLVANIA INC

(72)Inventor : GINGERICH RICHARD G W
FAN CHEN-WEN
KLINEDINST KEITH A

(30)Priority

Priority number : 2000 256278
2001 963963

Priority date : 18.12.2000
26.09.2001

Priority country : US

US

(54) RECOVERY OF ELECTROLUMINESCENCE PHOSPHORESCENT SUBSTANCE FROM CAPSULE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for recovering a base phosphorescent substance from a phosphorescent substance enclosed in a capsule.

SOLUTION: The method comprises the steps of: selecting a recovery vessel having a magnetic stirring rod; putting deionized water, a first batch of condensed hydrochloride and an enclosed phosphorescent substance in the recovery vessel to form a stirred suspension; heating the stirred suspension at 90° C for 2 hours; allowing the stirred suspension to bring about sedimentation; removing the mother liquid gently and slurrying the residual solid with a second batch of hydrochloride and water; decanting and then washing the residual solid with deionized water; filtering the residual solid to form a filter cake; heating the filter cake at 110° C for a sufficient time to form a dried filter cake; and sieving the dried filter cake by a -325 mesh sieve to produce a recovered base phosphorescent substance.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-265937

(P 2 0 0 2 - 2 6 5 9 3 7 A)

(43) 公開日 平成14年9月18日 (2002. 9. 18)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード [*] (参考)
C09K 11/01		C09K 11/01	3K007
H05B 33/14		H05B 33/14	Z 4H001

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願2001-374201 (P 2001-374201)	(71) 出願人	394001685 オスラム・シルバニア・インコーポレイテッド アメリカ合衆国マサチューセッツ州ダンバース、エンディコット・ストリート100
(22) 出願日	平成13年12月7日 (2001. 12. 7)	(72) 発明者	リチャード・ジー・ダブリュー・ジンジェリッチ アメリカ合衆国ペンシルベニア州トワンダ、ヨーク・アベニュー201
(31) 優先権主張番号	6 0 / 2 5 6 2 7 8	(74) 代理人	100067817 弁理士 倉内 基弘 (外 1 名)
(32) 優先日	平成12年12月18日 (2000. 12. 18)		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		
(31) 優先権主張番号	0 9 / 9 6 3 9 6 3		
(32) 優先日	平成13年9月26日 (2001. 9. 26)		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カプセル内からのエレクトロルミネセンス燐光体の回収

(57) 【要約】

【課題】 カプセル内に封入された燐光体からベース燐光体を回収する。

【解決手段】 カプセル内に封入された燐光体からベース燐光体を回収するための方法であって：磁性の攪拌棒を含む回収容器を選択すること；攪拌された懸濁液を形成するために、回収容器に、脱イオン水、濃縮された塩酸の第1のバッチ、及び封入された燐光体を加えること；攪拌された懸濁液を約90℃で約2時間加熱すること；攪拌された懸濁液を沈降させること；母液を静かに注ぎ出し、残った固体を第2の塩酸のバッチ及び水でスラリーにすること；デカンテーションし、残った固体を脱イオン水で洗浄すること；濾過ケーキを形成するために残った固体を濾過すること；濾過ケーキを大気中で乾燥した濾過ケーキを形成するために十分な時間の間110℃で加熱すること；及び、回収されたベース燐光体を産出するために、-325のメッシュのふるいで乾燥した濾過ケーキをふるい分けること、のステップから成る方法が提供される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 カプセル内に封入された燐光体からベース燐光体を回収するための方法であって：磁性的な攪拌棒を含む回収容器を選択すること；攪拌された懸濁液を形成するために、前記回収容器に、脱イオン水、濃縮された塩酸の第1のバッチ、及び封入された燐光体を加えること；前記攪拌された懸濁液を約90℃で約2時間加熱すること；前記攪拌された懸濁液を沈降させること；母液をデカンテーションし、残った固体を第2の塩酸のバッチ及び水でスラリーにすること；デカンテーションし、残った固体を脱イオン水で洗浄すること；濾過ケーキを形成するために残った固体を濾過すること；前記濾過ケーキを大気中で乾燥した濾過ケーキを形成するために十分な時間の間110℃で加熱すること；及び、回収されたベース燐光体を産出するために、-325のメッシュのふるいで前記乾燥した濾過ケーキをふるい分けること、のステップから成る方法。

【請求項2】 前記濃縮された塩酸の第1のバッチが重量比で36%である、請求項1に記載の方法。

【請求項3】 前記塩酸の第2のバッチが1モルである、請求項2に記載の方法。

【請求項4】 前記乾燥した濾過ケーキを形成するための前記時間が約3時間である、請求項3に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はエレクトロルミネセンス燐光体、特に、耐用年数を延ばすコーティング（life-extending coating）によりカプセル内に封入された燐光体に関する。さらに詳細に述べると、本発明はそのようなカプセル内に封入された材料から基礎となるエレクトロルミネセンス燐光体を回収するための方法に関する。

【0002】

【従来の技術】燐光体は電磁放射以外の形式のエネルギーによって励起されることにより、通常、スペクトルの可視領域の電磁放射を発する材料の既知の部類である。燐光体は通常、それらが影響を受けやすい、またはそれらの感度が高いエネルギーのタイプによって名前が付けられる。例えば、陰極ルミネセンス燐光体は電子または陰極線の衝突によって励起及び放射し；光ルミネセンス燐光体は化学線の衝突により励起及び放射し；X線ルミネセンス燐光体はX線の衝突により励起及び放射し；エレクトロルミネセンス燐光体は通常、交流によって供給される、電場の効果によって励起及び放射する。本発明が特に最も関係するのは燐光体の後者のタイプである。

【0003】商業上のエレクトロルミネセンス燐光体は大抵の場合、ホスト構造に取り込まれる、銅及び（または）マンガンを及び（または）塩化物の中の1つまたは複数の活性化剤によって活性化される硫化亜鉛（zinc sulfide）のホスト材料（host material）に基づいてい

る。これらの燐光体は表示装置や腕時計の表面のためのランプまたは照明源として利用される。燐光体を有機結合剤（organic binder）に分散し、プラスチックに積層する1つの種類と、燐光体をセラミック誘電体に分散し、金属板に融合（または、溶解）する2つ目の多様な種類との、2つの基本的な種類の材料が利用される。

【0004】プラスチックの種類は経済的であるが、マイラー（Mylar）（商標）等の、経済的なプラスチックに封入された燐光体の光の出力は急速に劣化し、そのような燐光体の半減期は100Vで400Hzの動作で約50時間である。（燐光体の半減期は光の出力が初期の光の出力の半分に減少したときの時間である。）燐光体をAclar（商標）等の、より高価なプラスチック薄層板に組み込んだ場合、（例えば、100Vで400Hzの動作レベルで500から2000時間の半減期の）より優れた寿命を持つが、ランプのコストの増大を伴う。

【0005】エレクトロルミネセンス燐光体の寿命をさらに延ばすために、連続的で、等角（または、相似被覆）で、誘電性の湿気を抑制する材料と共に個々の燐光体粒子を封入することが知られており、それは安価なプラスチック材料への燐光体の使用を可能にする。

【0006】例えば、米国特許No. 6, 064, 150はその上に窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムアミン（aluminum nitride amine）のコーティングを持ったエレクトロルミネセンス燐光体を開示している。他のコーティングは水酸化酸化アルミニウム（aluminum oxide hydroxide）を含む。後者の例は1998年9月16日に出願され、本発明の譲渡人に与えられたS. N. 09/153, 978に開示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】この分野において、カプセル内に封入された材料から基礎エレクトロルミネセンス燐光体（または、ベースエレクトロルミネセンス燐光体）、あるいは、エレクトロルミネセンス燐光体の主成分を回収するための方法が与えられると非常に有利である。

【0008】したがって、本発明の目的はカプセル内に封入された材料から基礎燐光体、または、燐光体の主成分（以後、ベース燐光体と呼ぶ）を回収する方法を与えることである。さらに、回収のために経済的な処理方法を与えることが本発明のもう1つの目的である。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の1つの側面において、これらの目的はカプセル内に封入された燐光体からベース燐光体を回収するための方法によって達成され、その方法は：磁性的な（または、磁石の）攪拌棒を含む回収容器を選択すること；攪拌された懸濁液を形成するために、回収容器に、脱イオン水、濃縮された塩酸の第1のバッチ（すなわち、1回分）、及び封入された燐光体を加えること；攪拌された懸濁液を約90℃で約2

時間加熱すること；攪拌された懸濁液を沈降（または、沈澱）させること；母液を静かに注ぎ出し、残った固体を第2の塩酸のバッチ（すなわち、1回分）及び水でスラリーにすること；デカンテーション（すなわち、固形物を沈降させ、上澄み液だけを流し去ること）し、残った固体を脱イオン水で洗浄すること；濾過ケーキを形成するために残った固体を濾過すること；濾過ケーキを大気中で乾燥した濾過ケーキを形成するために十分な時間の間110℃で加熱すること；及び、回収されたベース燐光体を産出するために、-325のメッシュのふるいで乾燥した濾過ケーキをふるい分けること、のステップから成る。

【0010】本発明の処理は経済的であり、しかも優れた特性を持ったベース燐光体を産出する。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の他の目的、長所、機能のさらなる理解のために、以下の詳細な説明がなされる。

【0012】ベース燐光体は2つの異なった材料のコーティングのための2つの異なった処理によってコーティングされた、カプセル内に封入された燐光体から回収される。第1の材料はANEとして表1及び表2に示されている。この材料は上述の米国特許No. 6,064,150で開示されている処理方法によって窒化アルミニウムアミン（aluminum nitride amine）と共にコーティングされた、硫化亜鉛をベースにしたエレクトロルミネセンス燐光体である。第2の材料はTNEとして表3に示されている。この材料も硫化亜鉛をベースにしたエレクトロルミネセンス燐光体であるが、上述のS.N. 09/153,978に開示されている処理方法によって水酸化酸化アルミニウム

（aluminum oxide hydroxide）と共にコーティングされている。

【0013】

【実施例】6.35cm×1.27cm（2.5インチ×0.5インチ）の磁性の攪拌棒を備えた、600mlのビーカーに、以下の材料が逐次的に加えられた：92mlの脱イオン水；8mlの濃縮された（重量比で36%の）塩酸；及び、20.01gのカプセル内に封入されたエレクトロルミネセンス（EL）燐光体（表1のロットNo. 34740-77）。

【0014】結果として生じた懸濁液は攪拌され、約90℃で2時間加熱された。加熱後、懸濁液は約5分間沈降され、母液がデカンテーションされた（または、流し出された）。次に、温浸（digest）された固体は1Mの塩酸100ml及び100mlの脱イオン水の3回分と共に、連続的に、スラリー状にされ、沈降及びデカンテーションされた。最終的な水による洗浄から得られた材料はブフナー漏斗上のワットマン（Whatman）42濾紙で濾過された。形成された濾過ケーキは大気中でオープンにて3時間の間110℃で乾燥され、-325メッシュのステンレススチールのふるいでふるいわけられた。結果として得られたのは16.75gのベース燐光体であった。物理的、化学的、及び光学的な特性は、ロットNo. 34757-8の回収されたエレクトロルミネセンス（EL）として、表1に示されている。表1より、アルミニウム及び窒素の回収が実質的に完全であることが判る。

【0015】

【表1】

ロット No.	摘要	%Al	O ₂ ppm	%N ₂	色		24 時間 Fl.L.	半減期 時間	効率 Lm/w
					X	Y			
HB72860A	ベース EL ¹	---	1200	<0.0001	0.188	0.469	32.4	1052	1.75
34740-77	ANE ²	3.3	2000	2.4	0.193	0.485	25.8	1838	7.16
34757-8	回収された EL ¹	<0.001	340	<0.0001	0.191	0.464	32.9	939	2.93

【0016】同様なANE燐光体の第2のバッチ（すなわち、1回分）を利用した第2の例が同様な結果と共に表2に示されており、TNEでコーティングされた燐光体（酸化アルミニウム）を利用した第3の例が表3に示

されている。各例において、コーティング材料が回収され、ベース燐光体が廃棄利用される。

【0017】

【表2】

ロット No.	摘要	%Al	O ₂ ppm	%N ₂	色		24 時間 Fl.L.	半減期 時間	効率 Lm/w
					X	Y			
H728X106	ベース EL ¹	---	1500	<0.0001	0.191	0.482	33.6	1007	---
34740-35	ANE ²	3.6	7300	2.1	0.194	0.505	22.1	2002	6.50
34757-9	回収された EL ¹	<0.001	1000	0.0011	0.199	0.488	31.6	1668	2.65

【表3】

ロット No.	摘要	%Al	O ₂ ppm	%N ₂	色		24 時間 Ft.L	半減期 時間	効率 Lm/w
					X	Y			
ELB-762	ベース EL ¹	---	1900	0.0010	0.183	0.397	32.0	737	2.14
EL-190	TNE ²	1.5	18000	0.0150	0.184	0.409	20.9	35.6	---
34763-5	回収された EL ¹	<0.001	640	0.0014	0.184	0.394	31.2	771	2.62

【0018】表において、「摘要」の列に示されている上付き文字は試験されたランプで使用されている材料を示している。上付き文字 1 は Aclar (商標) を使用したランプで試験された燐光体を示しており、上付き文字 2

【0019】

【発明の効果】 このように、本発明によりカプセル内に封入された材料からベース燐光体を回収するための方法

が提供される。さらに、本発明の処理は経済的であり、しかも優れた特性を持ったベース燐光体を産出することが可能である。

【0020】目下のところ本発明の好まれる実施例と考えられる実施例が説明されてきたが、付随する請求の範囲によって規定される本発明の範囲から外れることなく、多様な変更や改良が可能であることは当業者にとって、明らかであるだろう。

フロントページの続き

(72) 発明者 チャンウェン・ファン
アメリカ合衆国ペンシルベニア州セア、シ
ヤロン・アベニュー 214

(72) 発明者 キース・エイ・クラインディンスト
アメリカ合衆国マサチューセッツ州ハドソ
ン、ブリガム・ストリート 111、26 シー
F ターム (参考) 3K007 AB18 FA00
4H001 CA01 CC01 CC04 CC10 XA16
XA30